

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication **58-057302**  
n number :

(43)Date of **05.04.1983**  
publication of  
application :

---

(51)Int.Cl.

**A01N 33/04**

**A01N 37/00**

---

(21)Applicati **56-153858**  
on number :

(71)Applicant **TOHO CHEM IND CO LTD**  
:

(22)Date of **30.09.1981**  
filing :

(72)Inventor : **NAKAMURA YOSHINOBU**

---

### (54) ANTIMICROBIAL AGENT

#### (57)Abstract:

**PURPOSE:** An antimicrobial agent useful as a medical germicide, a disinfectant for kitchen, or for dairy farming, comprising a specific mono-N-tetradecylpolyalkylenepolyamine or its acid addition salt as an active ingredient.

**CONSTITUTION:** The titled agent comprising a mono-N-tetradecylpolyalkylene polyamine obtained by alkylating one amino group of a compound shown by the formula (n is 0W3; m is 2 or 3) with C14H29- group or its inorganic acid addition salt as an active ingredient. When the titled active ingredient itself is water-soluble, it is usable individually as an aqueous solution, and when it is water-insoluble, a solvent and an activator such as nonionic surface active agent are used as solubilizing agents to adjust the desired composition for use. The active ingredient is obtained by reacting tetradecyl chloride with a polyalkylenepolyamine (e.g., diethylenetriamine) shown by the formula in the presence of an alkali substance at 140W180°C.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—57302

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

A 01 N 33/04  
37/00

識別記号

庁内整理番号  
6464—4H  
6526—4H

⑬ 公開 昭和58年(1983)4月5日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑬ 抗菌剤

船橋市咲が丘1—16—3

⑭ 出 願 人 東邦化学工業株式会社  
東京都中央区日本橋蛸殻町1—  
14—9

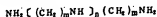
⑮ 特 願 昭56—153858  
⑯ 出 願 昭56(1981)9月30日  
⑰ 発 明 者 中村好伸

明 細 書

1. 発明の名称 抗 菌 剤

2. 特許請求の範囲

次の一般式



(ここで、 $n$  は 0 又は 1～3 の整数、 $m$  は 2 または 3 の整数を表す)

で示される化合物のアミノ基の 1 個が  $\text{C}_{14}\text{H}_{31}$ —基でアルキル化されたモノ— $N$ —テトラデカンポリアルケンポリアミンまたはその有機酸もしくは無機酸の付加塩を有効成分とする抗菌剤であることを特徴とする抗菌剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明はポリアルケンポリアミン系抗菌剤に関するものである。

更に詳しくは、本発明の化合物は、医療用殺菌剤、厨房用消毒剤、飼料用等に使用し得るものである。すなわち本発明は、一般式



(ここで、 $n$  は 0 または 1～3 の整数、 $m$  は 2 または 3 の整数を表す)

で示される化合物のアミノ基の 1 個が  $\text{C}_{14}\text{H}_{31}$ —基でアルキル化されたモノ— $N$ —テトラデカンポリアルケンポリアミンまたはその有機酸もしくは無機酸の付加塩を有効成分とする抗菌剤である。従来よりアルキルアミンおよびアルキルアミンの誘導体の一部は抗菌性のあることが知られており、例えばドデシルベンジルジメチルアンモニウムハライド、テトラデシルトリメチルアンモニウムハライド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムハライド、ジオクタシルジメチルアンモニウムハライド、ジデシルベンジルメチルアンモニウムハライド等の第 4 級アンモニウム化合物または、ジオクタシルジエントリアミン、 $N$ —オクタール—ジエントリアミンノ誘導体の化合物を例示することができ。

これら抗菌性化合物の構造的特徴は、第 4 級アンモニウム化合物の場合は、モノアルキル基を有する時、そのアルキル基は、炭素数 14 程度が好適であり、またジアルキル基を有する時、そのアルキル基は炭素数 8～10 程度が好適であることが

知られている。

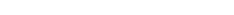
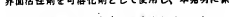
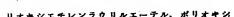
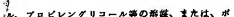
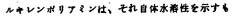
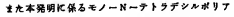
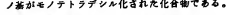
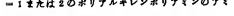
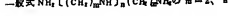
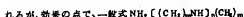
またアルキルアミンの場合はジアルキル類、特にジオクチルジエチレントリアミンが好適とされている。

本発明者らは、従来抗菌性化合物として注目されていなかった長鎖モノアルキルポリアルキレンポリアミンについて、特にアルキル類と抗菌性を追求した結果、次の事実を発見した。

すなわち、長鎖モノアルキルポリアルキレンポリアミンは炭素数14のアルキル基でモノアルキル化されたものが最大の抗菌性を示し、かつその抗菌性は、非常に優れており、市販の抗菌スペクトルを有する。

また、アルキル類が本発明の範囲外であるモノアルキルポリアルキレンポリアミン例えば、モノ-N-ドデシルポリアルキレンポリアミン、モノ-N-ヘキサデシルポリアルキレンポリアミンは若干の抗菌性を有するが実用に供しえないものであり、本発明に係る化合物と比較にならない。

すなわち、モノアルキルポリアルキレンポリアミ

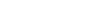
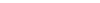
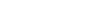
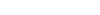
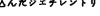
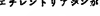
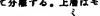
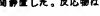
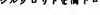
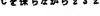
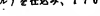
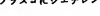
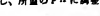
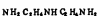


ンの抗菌性は、アルキル類の炭素数に大きく影響されることを意味している。

本発明に係る化合物は、公知であり、一般的にテトラデシルクロリドと一般式  $\text{NH}_2[(\text{CH}_2)_m\text{NH}]_n$  ( $\text{CH}_2)_m\text{NH}_2$  (以下式中の  $m$  は0または1~3の整数、 $n$  は2または3の整数を換す) で示されるポリアルキレンポリアミンとの反応によって容易に得ることができる。

工法的には、テトラデシルクロリド1モルに対し、一般式  $\text{NH}_2[(\text{CH}_2)_m\text{NH}]_n(\text{CH}_2)_m\text{NH}_2$  で示されるポリアルキレンポリアミン2~5モルを温度140~180℃で、場合によりNaOH、KOH、 $\text{K}_2\text{CO}_3$ 等のアルカリ性物質存在下で反応を行わせ、洗、蒸留等の操作を行うことにより本発明に係る化合物を得ることができる。

一般式  $\text{NH}_2[(\text{CH}_2)_m\text{NH}]_n(\text{CH}_2)_m\text{NH}_2$  で示されるポリアルキレンポリアミンは、例示すると次のものを挙げることができる。



分である。

静置分層後、上層を取出し、真空蒸留を行いモノ-N-テトラデシルジエチレントリアミン210gを200℃~210℃/5mmHgの条件下で蒸出させた。蒸出物は、水溶性の透明液体であった。生成物は元素分析値より $C_{21}H_{41}N_3$ なる化学式が与えられた。

	計算値 (%)	実測値 (%)
C	72.17	72.05
H	13.80	13.86
N	14.03	14.10

#### 合成例2

合成例1と同様な装置に、トリエチレンテトラミン58.4g(4モル)を仕込み、170℃に昇温した後170℃~180℃を保ちながらテトラデシルクロリド23.25g(1モル)を滴下漏斗よりフラスコ内に8時間を要し滴下した。滴下終了後、同装置で2時間熱成を行い、次に反応物を100℃まで冷却し同装置で1時間静置した。合成例1と同様に反応物の上層を取出し、真空蒸

留を行い285~245℃/3mmHgの条件下でモノ-N-テトラデシルジプロピレントリアミン285gを蒸出させた。

蒸出物は、水に不溶性の淡黄色液体であった。生成物は元素分析値より $C_{21}H_{41}N_3$ なる化学式が与えられた。

	計算値 (%)	実測値 (%)
C	73.33	73.26
H	13.85	13.79
N	12.83	12.93

次に真空蒸留で得たモノ-N-テトラデシルジプロピレントリアミン15重量部を、酢酸55部、水7.5部から成る酢酸溶液の中に、40℃の温度で攪拌下混合した。混合物は、 $PH=6.0$ で水に任意の割合で溶解する淡黄色透明液体である。

#### 合成例4

合成例3と同様な方法で、モノ-N-テトラデシルプロピレンジアミンを得た。このモノ-N-テトラデシルプロピレンジアミン10重量部と、ノニルフェニールの20モル酸化エチレン付加物10

部を行った。230~240℃/5mmHgの条件下でモノ-N-テトラデシルトリエチレントラミ240gを蒸出させた。

蒸出物は水溶性で黄色透明液体であった。生成物は元素分析値より $C_{21}H_{41}N_3$ なる化学式が与えられた。

	計算値 (%)	実測値 (%)
C	76.11	70.19
H	13.53	13.50
N	16.35	16.41

#### 合成例5

合成例1と同様な装置に、ジプロピレントリアミン39.3g(3モル)、NaOH 40g(1モル)および水10mlを仕込み、110℃に昇温する後110℃~120℃を保ちながらテトラデシルクロリド23.25g(1モル)を滴下漏斗よりフラスコ内に4時間を要し滴下した。

滴下終了後同装置で3時間熱成を行い、次に反応物を95℃まで冷却し同装置で2時間静置した。

合成例1と同様に反応物の上層を取出し、真空蒸

留、水80重量部を40℃で攪拌混合し、黄色透明液体を得た。

#### 合成例5

合成例1で得たモノ-N-テトラデシルジエチレントリアミン15重量部を、<sup>(1) 25%水溶液</sup>酢酸の水溶液中に攪拌下、混合した。混合物は $PH=6.2$ で黄色透明液体であった。

#### 合成例6

合成例1で得たモノ-N-テトラデシルジエチレントリアミン13.5部を35多量部、水80部から成る塩酸水溶液中に攪拌下、混合した。混合物は $PH=6.5$ で黄色透明液体であった。

#### 実施例

以下に、本発明の化合物の抗菌性を示す。

試験方法は、日本化学療法学会標準法にしたがって実施した。

すなわち、

(1)被検菌をハートインフュージョン寒天斜面に37℃、24時間培養し、翌日トリプトイヌイヨジに移植、一夜培養のものを接種菌液とした。

(2) ハートインフュージョン凍天を溶かし、50℃前後にした培地に液体を蒸留水で希釈したものを添加し、24時間において、被検菌の発育が阻止された最小濃度(MIC値)を求めた。同、比較化合物として、以下の化合物を合成した。比較例1

合成例1と同様な方法で、ドデシルクロリドとジエチレントリアミンとの反応を行い、後、真空蒸留によりモノ-N-ドデシルジエチレントリアミンを185~186℃/5mmHgの条件下で留出させた。

留出物は、水溶性の黄褐色液体であった。生成物は元素分析値より $C_{24}H_{48}N_2$ なる化学式が与えられた。

	計算値(%)	実測値(%)
C	70.75	70.69
H	13.74	13.80
N	15.48	15.51

#### 比較例2

合成例1と同様な方法で、ヘキサデシルクロリド

特開58-57302(4)とジエチレントリアミンとの反応を行った後、真空蒸留によりモノ-N-ヘキサデシルジエチレントリアミンを227~229℃/5mmHgの条件下で留出させた。留出物は、水不溶性であった。生成物は元素分析値より $C_{26}H_{54}N_2$ なる化学式が与えられた。

	計算値(%)	実測値(%)
C	73.33	73.42
H	13.84	13.80
N	12.83	12.78

次に蒸留で得たモノ-N-ヘキサデシルジエチレントリアミン14.6部を酢酸5.4部、水8.0部の酢酸水溶液中に攪拌、混合した。混合物は黄褐色透明液体でpH=5.8であった。

本発明にて得られた化合物及び比較化合物の抗菌性を表に示した。

MIC 測定結果 (μg/ml)

菌 種	化合物	合成例 1						比較例 1	
		1	2	3	4	5	6	1	2
<i>Escherichia coli</i> NIHJ		625	25	125	625	625	625	100	50
<i>Staphylococcus aureus</i> FDA 209p		156	312	156	156	156	312	625	625
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> IFO 3344		25	25	50	25	25	50	200	100
<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6633		312	625	625	312	312	625	125	625
<i>Pasteurella multocida</i> YERS-46		639	156	156	156	0.78	156	312	625
<i>Salmonella typhi</i> SANK-19		156	312	312	312	156	312	25	50
<i>Staphylococcus faecalis</i> SECD-95		312	312	312	312	312	625	50	50
<i>Klebsiella pneumoniae</i>		50	50	50	50	100	100	200	400
<i>Proteus vulgaris</i> PROT-1		100	200	200	200	200	200	800	800